

分析機器を使用した化学バイオ系学科学生実験のための教材開発 ～GC・融点測定を用いた未知有機化合物の定性～

○横野 瑞希

鳥取大学 技術部

1.はじめに

鳥取大学技術部では全学共同利用設備の維持管理および依頼分析を行っており、筆者は質量分析装置をはじめとした装置群を担当している。また工学部化学バイオ系学科の学生実験の支援も行っており、この度担当する分析装置を利用した、工学部化学バイオ系学科 2 年生前期の専門科目「応用化学実験 I」の実験教材の検討を行ったので、その内容について報告する。

2.背景

「応用化学実験 I」は「化学実験を行う上での基礎的な知識、技術の修得を目指す。機械的にこなすのではなく、常に「何故か」と自らに問いかけながら実験する態度を養うことができる。加えて、AI やデータベースの活用など、必要な情報を収集する能力を身に付ける。」ことを目的とし、「疑問点をまず自ら文献等で調べた後、教官に質問し、議論する習慣を身に付けることができる」ことを目標とした専門科目である。2025 年度のテーマ一覧は表 1 の通りである。筆者はこのうち No.9、10 の 2 テーマを担当している。2022 年度まで No.9 は融点測定と有機元素分析を用いたテーマを行っていたが、有機元素分析を担当していた職員の退職と、同時期に行われた装置の老朽化による廃棄により内容の見直しを行う必要があった。

表 1 2025 年度応用化学実験 I 実験テーマ

No.	授業内容
1	ガラス細工
2	有機化合物の抽出分離法
3	Chem Draw の使い方
4	Scifinder 演習
5	薄層クロマトグラフィー
6	ゼオライトを触媒とする Methanol to Gasoline 反応
7	薄層クロマトグラフィー
8	鉄錯体の吸光光度分析
9	融点測定とガスクロマトグラフィー
10	常圧蒸留

3.実験内容

実験は 1 回約 10 名、2 時間程度で全 6 回実施する。2022 年度までの内容では、融点測定と有機元素分析で、ナフタレンと未知試料(スルファニルアミド、サリチル酸、trans-ケイ皮酸、安息香酸、アセトアニリド)(図 1 - 6)を分析し、得られた融点と CHN 比の結果から、あらかじめ融点情報と共に示していた候補化合物(表 2)内での同定を行っていた。有機元素分析装置以外にこれらの化合物の定性を行うことのできる全学共同利

用設備の候補としては、赤外分光光度計(以下 FT-IR、図 7)、ガスクロマトグラフィー(以下 GC、図 8)、ガスクロマトグラフ質量分析計(以下 GC-MS、図 9)が考えられた。各分析法の特徴を表 3 にまとめる。IR スペクトル、マススペクトルの読み方は工学部化学バイオ系学科 2 年生後期の授業で取り扱うため、2 年生前期実施の本学生実験では解析を行うことが難しい。また FT-IR の前処理で使用するメノウ乳鉢や錠剤成型機は 2 台ずつしか所持していない。そのため保持時間から導き出される保持指標により定性が可能な GC を用いることとし、測定結果より得られた保持指標と、あらかじめ示した候補化合物の保持指標の情報から同定を行う内容とした。

実験操作は、事前に測り取ってある化合物を 10mg/ml アセトン溶液になるようメスピペットで調製し、続いて 10 μ g/ml になるよう再希釈したものを GC で測定する。GC での測定に 1 測定 30 分ほどかかるため、授業時間中では装置原理、解析法の説明(座学)と試料調整のみを行い、後日 GC 測定結果を通知することとした。各化合物が分離できるよう GC 分析条件を調整した。GC 測定結果を図 10 に示す。スルファニルアミドは保持指標の文献値が無かったが、実際に測ったデータでは 2043 程度と他の候補化合物とは違っていたため消去法で同定することができることが分かった。

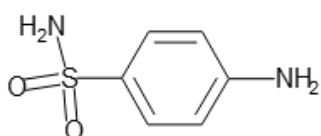


図 1 スルファニルアミド

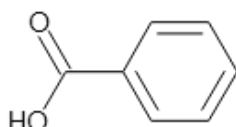


図 2 サリチル酸

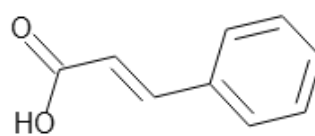


図 3 trans-ケイ皮酸

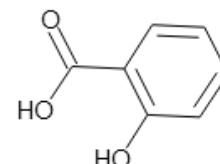


図 4 安息香酸

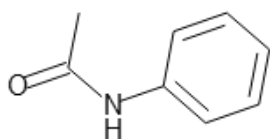


図 5 アセトアニリド

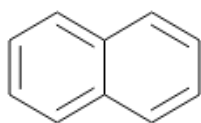


図 6 ナフタレン



図 7 FT-IR



図 8 GC



図 9 GC-MS

表 2 候補化合物の融点と保持指標

化合物名	融点(°C)	保持指標 I
ナフタレン	80-82	1,179 ¹⁾
無水マレイン酸	54-56	827 ²⁾
サリチル酸	158.5-159	1,311 ³⁾
安息香酸	121.5-122	1,170 ⁴⁾
p-ニトロアニリン	148-149	273.6 ⁵⁾
p-テルフェニル	210-211	2,190.9 ⁶⁾
スルファニルアミド	165-166	
アセトアニリド	113.5-114	1,362 ⁷⁾
trans-ケイ皮酸	132.5-133	1,435 ⁸⁾

表3 各種分析法と必要な前処理、解析するデータ

装置名	測定前処理	解析するデータ
FT-IR	KBr 錠剤作成	IR スペクトル
GC	試料溶液作成	保持時間
GC-MS	試料溶液作成	保持時間、マススペクトル

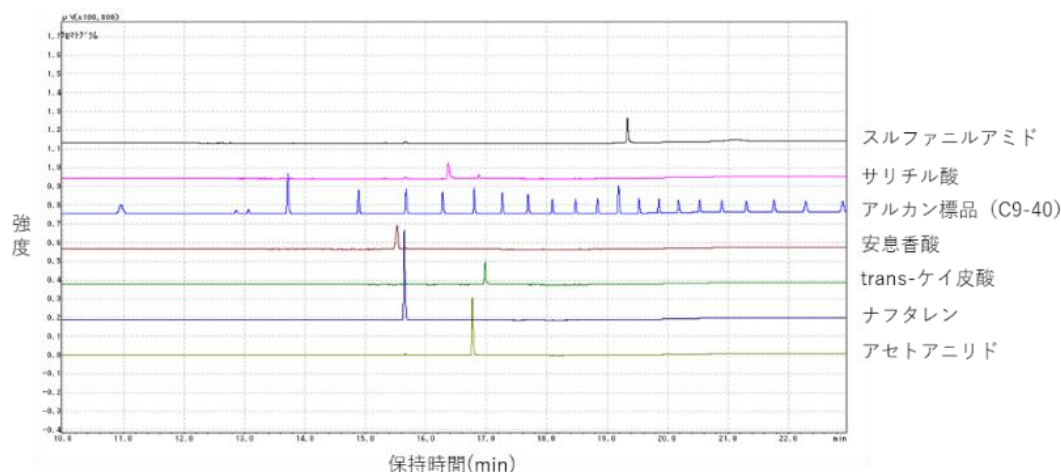


図 10 各化合物のクロマトグラフ

4.おわりに

本学において老朽化している装置でこれまで行われていた分析の代替法の検討については、今回発表した実験テーマの見直しや、LC-MS/MS での検討⁹⁾のように徐々に増えていくことが考えられる。

また筆者の担当する質量分析装置群では、化学バイオ系学科の研究室の利用も非常に多い。この実験テーマを通じて分析機器の使い方を学んでもらうと共に、試料調整の注意点や共同利用設備の集約されている建物について知ってもらうことで、将来卒業研究において共用利用設備を使用してもらう前の予備的体験としてもよい機会になると考える。今後とも教材の内容を見直し、教育効果を高めていきたい。

4.参考引用文献

- 1)Fokialakis, Magiatis, et al., *Z. Naturforsch.*, 57c 791-796, 2002
- 2)Radulovic, Blagojevic, et al., *Molecules*, 15,9,6168-6185, 2010
- 3)Jerkovic and Marijanovic, *Molecules*, 15,5,3744-3756, 2010
- 4)Alves, Pinto, et al., *J. Braz. Chem. Soc.*, 16,3B,654-656, 2005
- 5)Donnelly, Abdel-Hamid, et al., *J. Chromatogr.*, 642, 1-2, 409-415, 1993
- 6)Song, Lai, et al., *Analytical Advances for Hydrocarbon Research*, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, 2003
- 7)Zenkevich and Chupalov, *Zh. Org. Khim. (Rus.)*, 32,5,656-666, 1996
- 8)Maia, Andrade, et al., *J. Food Comp. Anal.*, 13,3,227-232, 2000
- 9)横野瑞希, 2023 年度機器・分析技術研究会, P-26, 2023